

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-092147

(43)Date of publication of application : 06.04.1999

(51)Int.Cl.

C01G 33/00

C01G 35/00

(21)Application number : 10-207401

(71)Applicant : CRYSTAL TECHNOL INC

(22)Date of filing : 23.07.1998

(72)Inventor : PIITAA FURANKU BORUDOU  
DEITAA HANSU YUNTO  
RICHIYAADO GUREGORII NOOUTSUDO  
YUJIN MAIKERU SUTANDEIFUAA

(30)Priority

Priority number : 97 900179    Priority date : 25.07.1997    Priority country : US

(54) LITHIUM NIOBATE CRYSTAL OR LITHIUM TANTALATE CRYSTAL HAVING ENHANCED PERFORMANCE TO DECREASE CHARGE ON CRYSTAL SURFACE AND METHOD TO PRELIMINARILY CONTROL THAT KIND OF CRYSTAL

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a LN crystal and a LT crystal which continuously show preferable properties for such uses as a surface acoustic wave(SAW) filter device, an optical modulating and switching element for guided waves, and an electrooptic Q-switching and modulation device, and which have no drawbacks relating to the accumulation of excess spurious pyroelectric or piezoelectric surface charges.

SOLUTION: In the preparation of a lithium niobate crystal or a lithium tantalate crystal having an enhanced effect to decrease charges on the crystal surface so as to be used for an electronic or optical use, the lithium niobate crystal or lithium tantalate crystal is preliminarily controlled in its state so as to enhance the effect of the crystal to decrease surface charges of the lithium niobate crystal or lithium tantalate crystal.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

BEST AVAILABLE COPY

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-92147

(43)公開日 平成11年(1999)4月6日

(51)Int.Cl.<sup>8</sup>

識別記号

F I

C 0 1 G 33/00  
35/00

C 0 1 G 33/00  
35/00

A  
C

審査請求 未請求 請求項の数11 O L (全 7 頁)

(21)出願番号 特願平10-207401

(22)出願日 平成10年(1998)7月23日

(31)優先権主張番号 08/900179

(32)優先日 1997年7月25日

(33)優先権主張国 米国 (U S)

(71)出願人 598098386

クリスタル テクノロジー インコーポレ  
イテッド

アメリカ合衆国 カリフォルニア パロ  
アルト イースト メドウ サークル  
1040

(72)発明者 ビーター フランク ボルドゥイ

アメリカ合衆国 カリフォルニア パロ  
アルト ロス パロス サークル 4280

(72)発明者 ディーター ハンス ユント

アメリカ合衆国 カリフォルニア サニー  
ヴェイル キンティル ウェイ 993

(74)代理人 弁理士 矢野 敏雄 (外2名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 増大された結晶表面電荷減少能力を有するニオブ酸リチウム結晶またはタンタル酸リチウム結晶  
およびこのような結晶を予め状態調節する方法

(57)【要約】

【課題】 弾性表面波 (SAW) のフィルターデバイス、  
案内波の光変調およびスイッチング、ならびに電子光学  
的なQスイッチングおよび変調のような用途に対して望  
ましい性質を連続的に示しかつ過剰のスプーリアスの焦  
電気または圧電気の表面電荷の蓄積と関連した欠点を蒙  
らないL N結晶およびL T結晶。

【解決手段】 電子的または光学的用途に使用するため  
の増大された結晶表面電荷減少能力を有するニオブ酸リ  
チウム結晶またはタンタル酸リチウム結晶の場合に、ニ  
オブ酸リチウム結晶またはタンタル酸リチウム結晶の表  
面の電荷を減少させる結晶能力を増大させるために、ニ  
オブ酸リチウム結晶またはタンタル酸リチウム結晶が予  
め状態調節されている。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 ニオブ酸リチウムまたはタンタル酸リチウムを基礎とする電子的または光学的用途に使用するための結晶において、ニオブ酸リチウム結晶またはタンタル酸リチウム結晶の表面の電荷を減少させる結晶能力を増大させるために、ニオブ酸リチウム結晶またはタンタル酸リチウム結晶が予め状態調節されていることを特徴とする、増大された結晶表面電荷減少能力を有するニオブ酸リチウム結晶またはタンタル酸リチウム結晶。

【請求項 2】 結晶内の導電性を増大させるために、結晶が熱と化学的に還元する雰囲気との組合せに晒されたものである、請求項 1 記載の結晶。

【請求項 3】 結晶が 500℃よりも高い温度に晒されたものである、請求項 2 記載の結晶。

【請求項 4】 温度が 500℃～1140℃の範囲内にある、請求項 3 記載の結晶。

【請求項 5】 化学的に還元する雰囲気がアルゴン、水、水素、窒素、二酸化炭素、一酸化炭素、酸素およびこれらの組合せ物から選択されたガスからなる、請求項 2 記載の結晶。

【請求項 6】 ニオブ酸リチウム結晶またはタンタル酸リチウム結晶の表面の電荷を減少させる結晶の能力を増大させるためにニオブ酸リチウム結晶またはタンタル酸リチウム結晶を予め状態調節する方法において、該結晶を処理し、該結晶の導電性を増大させることを特徴とする、ニオブ酸リチウム結晶またはタンタル酸リチウム結晶を予め状態調節する方法。

【請求項 7】 該結晶を処理し、該結晶の導電性を増大させ、さらに該結晶を熱と化学的に還元する雰囲気との組合せ物に晒し、結晶内で導電性を増大させる、請求項 6 記載の方法。

【請求項 8】 該結晶を 500℃を上回る温度に晒す、請求項 7 記載の方法。

【請求項 9】 温度が 500℃～1140℃の範囲内にある、請求項 8 記載の方法。

【請求項 10】 化学的に還元する雰囲気がアルゴン、水、水素、窒素、二酸化炭素、一酸化炭素、酸素およびこれらの組合せ物から選択されたガスからなる、請求項 6 記載の方法。

【請求項 11】 デバイス中への結晶の配合により、結晶の自然の焦電気応答または圧電気応答を呼び出す条件に結晶を施し、結晶の表面上での電荷の蓄積を生じさせることにより、ニオブ酸リチウム結晶またはタンタル酸リチウム結晶をデバイス中への配合前に予め状態調節する方法において、該結晶を処理し、該結晶の導電性を増大させることを特徴とする、ニオブ酸リチウム結晶またはタンタル酸リチウム結晶をデバイス中への配合前に予め状態調節する方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、ニオブ酸リチウムおよびタンタル酸リチウムの改善された結晶、ならびに弾性表面波フィルターデバイスのような電氣的用途に使用するためにかかる結晶を予め状態調節する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 ニオブ酸リチウム (LN) およびタンタル酸リチウム (LT) は、弾性表面波 (SAW) の信号処理、案内波の光変調およびスイッチング、ならびに電子光学的レーザーの光スイッチングおよび変調を含めて多種多様の電子的用途に広範に使用されている。このタイプの用途に適した LN 結晶および LT 結晶についての物理学的な基礎は、原子的規模の結晶構造にあり、この構造は、SAW を基礎とするデバイスに有用な結晶の自然の圧電気応答、光学的集積デバイスに有用な電子光学的応答および焦電気検出器に有用な焦電気応答を生じる。幾つかの用途において重要であることができる LN および LT の別の特性は、結晶の光学的吸収にある。例えば、光学的集積デバイスは、比較的小さな光学的吸収を必要とし、他方、他のデバイス、例えば SAW フィルターは、低い光学的吸収を必要としない。幾つの場合において、結晶のこの自然の物理的応答は、結晶処理を複雑にする可能性があり、かつ結晶が配合されるデバイスの不利な効果を有する性能を複雑にする可能性がある。

【0003】 結晶の焦電気応答または圧電気応答は、二次加工された結晶の外側表面を、結晶の温度変化に応じてかまたは結晶に加えられた機械的応力に応じて帯電させる。この表面電荷は、自然と短絡する可能性があり、火花放電と関連して、著しい処理または性能の欠陥を引き起こし、結晶の亀裂さえも引き起こす。このような性能の不足の 1 つの共通の例は、デジタル無線用途において使用される LN を基礎とする SAW フィルターの受け入れがたい高いビットエラー速度にある。このようなタイプの欠陥を回避するために、このタイプのフィルターに対する常用の生産プロトコルは、このようなスプーリアスの焦電気または圧電気により誘発された欠陥を生じる傾向にあるフィルターを排除するように設計された、高価で費用のかかるデバイス試験を含んでいる。

【0004】 LN 結晶または LT 結晶を電子デバイス中に配合する方法は、不時の望ましくない焦電気または圧電気の影響を呼び出す条件に結晶を晒すという数工程を含む。表面電荷の意図しない蓄積に関連した問題の危険、例えば製造中での前記電荷の崩壊的放電を減少させることに努力する場合には、製造業者は、重大なことに結晶をデバイス中に配合する費用、時間および煩雑さが付加される数工程を取らなければならない。

【0005】 常法によって製造された LN 結晶および LT 結晶に関連して、表面電荷は、結晶自体内または周囲環境からの遊離電荷の移動によって中和されるように時間と共に場合によっては崩壊しうる。この自然の崩壊

は、表面電荷の展開後に起こり、かつ結晶表面が結晶の自然の焦電気または圧電気の応答の結果として帯電される程度を何等軽減するものでもないし、最小化するものでもない。

【0006】弾性表面波(SAW)のフィルターデバイス、案内波の光変調およびスイッチング、ならびに電子光学的なQスイッチングおよび変調のような用途に対して信頼のあるLN結晶およびLT結晶についての要求が増大していることに関連して、このような用途に対して望ましい性質を連続的に示しかつ過剰のスプリアスの焦電気または圧電気の表面電荷の蓄積と関連した欠点を蒙らないLN結晶およびLT結晶が必要とされる。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】従って、本発明には、前記に記載されたような課題が課された。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明によれば、LN結晶またはLT結晶は、結晶表面の電荷を減少させる結晶能力を増大させるために予め状態調節される。本発明による結晶は、好ましくは電荷が発生されると同程度に迅速に(結晶の自然の焦電気または圧電気の応答によって引き起こされる)表面電荷の蓄積を有効に減少させるかまたは消滅させることによって電荷を減少させることができる。

【0009】また、本発明は、結晶表面の電荷を減少させる結晶能力を増大させるためにLN結晶またはLT結晶を予め状態調節する方法に関する。本発明の方法の見地からの1つの好ましい実施態様において、結晶表面の電荷を減少させる結晶能力は、結晶内の自由電子密度を増大させるために、結晶が熱と化学的に還元する雰囲気との組合せに晒されることによって増大されている。

【0010】本発明は、結晶の自然の焦電気または圧電気の応答によって誘発される結晶表面上の電荷、特に結晶が配合されているデバイスの標準の操作とは無関係に機械的応力または温度変化の結果として形成される表面電荷の蓄積を有効に最小化することができる結晶を提供する。1つの好ましい実施態様において、予め状態調節された結晶は、表面電荷が発生される程度と同程度に迅速に変化を中和するかまたは消滅させることによって表面電荷を減少させることができる。

【0011】本発明によるLN(Li<sub>2</sub>OおよびNb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>から形成された化合物)結晶およびLT(Li<sub>2</sub>OおよびTa<sub>2</sub>O<sub>5</sub>から形成された化合物)結晶は、弾性表面波(SAW)の信号処理、案内波の光変調およびスイッチング、ならびに電子光学的レーザーの光スイッチングおよび変調のような用途に適当な結晶を形成させる焦電気応答および圧電気応答を示す。本発明は、以下のLN結晶の記載内容に記載されているが;しかし、この記載は、LTのような他のタイプの結晶に等しく適用できるものと考えられる。

【0012】LN結晶およびLT結晶は、数多くの技術によって成長させることができ、その中で最もよく知られたものは、チョクラルスキーによる技術である。このチョクラルスキーによる技術の概論は、Current Topics and Material Science, 第1巻, E. Kaldis編, North Holland Publishing Co., 1978, ch. 7 Dr. Armin Rauber, 第545~548頁に見出すことができ、この場合この刊行物の記載は、参考のために記載した。チョクラルスキーによる技術によって成長されたLN結晶は、熔融液からLNを引上げることによって達成される。ほぼ任意の常用の結晶引上げ装置を使用することができる。加熱されるLNが入っている坩堝は、白金であることができる。雰囲気に対しての特殊な要求は何もなく、この場合には、空気と一緒に数多くの状態が好ましい。

【0013】本発明の従来の技術に記載されているように、LN結晶は、自然の焦電気応答および圧電気応答を示す。従って、下記の比較例に詳説されているように、ウェファアの形のLN結晶は、温度変化を受けた際の表面電荷、例えばこのような結晶が処理されかつ電気素子中に配合された際またはこの素子が使用された際に受けた表面電荷を蓄積する。自然に消滅させるために拡張された時間(例えば、15~20時間)を取ることができる前記表面電荷は、デバイスの機能不調または欠陥をまねきうる火花放電または短絡を引き起こるかまたは結晶の亀裂さえも引き起こす。これとは異なり、実施例および次の比較例に記載されているように、本発明の予め状態調節されたLNウェファアは、結晶の自然の焦電気応答から生じる表面電荷の少なくとも一部の蓄積を有効に減少させることができる。表面電荷を有効に減少させる場合には、(1)火花放電の危険は、減少され、デバイスの欠陥の危険は、減少させることができ;かつ(2)表面電荷の蓄積の減少に通常使用される、費用と時間のかかる処理工程の必要性は、回避される。

【0014】任意の特別な理論に限定されることは意図されていないが、しかし、本発明の予め状態調節された結晶について観察される表面電荷の減少により、予め状態調節されなかった結晶と比較して予め状態調節された結晶の導電性が増大されるという結果を生じる。好ましくは、結晶の導電性は、意図した目的にとって望ましい結晶を形成させる他の物理的性質および電氣的性質の点で重大な変化なしに増大される。この導電性の増大は、+5の酸化状態から+4の酸化状態へのニオブまたはタンタルの一部の酸化状態の有効な変化により生じるものと思われる。電子密度が増大することにより、結晶の導電性は増大するものと思われ、この場合この結晶は、結晶の自然の圧電気応答または焦電気応答により生じる表面電荷を迅速に中和させるかまたは消滅させることができる。LN結晶を予め状態調節する1つの好ましい方法は、下記に記載されている。また、結晶の他の物理的性質および電氣的性質に不利な影響を及ぼすことなしに結

晶の導電性を増大させることができる他の技術は、本発明によれば、表面電荷を減少させる L N 結晶または L T 結晶の能力を増大させるために使用することもできる。下記の特種な方法は、対照の簡易化および簡便性のために好ましい。

【0015】本発明による L N 結晶または L T 結晶は、結晶表面上の電荷を中和させるかまたは消滅させる結晶能力を増大させるために処理された。予め状態調節されていない結晶とは異なり、1つの好ましい実施態様の方法を使用することにより状態調節された予め状態調節された結晶は、明るい灰色から暗青色または黒色までの範囲の色を示す。結晶は、結晶を状態調節するために使用される状態に依存して、明色に着色されていてもよい。または不透明であってもよい。この色の範囲に関連して、好ましい実施態様の予め状態調節された結晶は、光吸収が重要な結晶の性質でない場合の用途にとって好ましい。予め状態調節された結晶は、焦電気応答を呼び出す条件に晒された後に、本発明による場合と同じ条件に晒されたが、しかし、本発明による予め状態調節を行なわなかった結晶から観察される表面電荷よりも少なく表面電荷を示す。実施例中に下記したように、一定の状態の場合には、好ましい実施態様の予め状態調節された結晶は、測定可能な表面電荷の形成を生じる焦電気応答を通常呼び出す温度変化に晒された後に、測定可能な焦電気帯電を何も示さない。

【0016】本発明による L N 結晶を予め状態調節する 1つの方法は、化学的に還元する雰囲気の下で L N 結晶のウェファアを熱に晒すことを含む。ウェファアを望ましい温度に晒した後に、このウェファアは、室温に冷却させることができる。L N 結晶ウェファアの適当な予め状態調節は、約 1 分ないし約 200 分の程度の滞留時間で 85% の窒素ガスおよび 15% の水素ガスの雰囲気下で約 500℃ を上回る炉中でウェファアをターゲット温度に晒すことによって達成させることができる。ウェファアをターゲット温度に晒した後に、このウェファアは、室温に冷却させることができる。

【0017】以下の実施例中に詳説したように、焦電気応答を呼び出す条件に晒された予め状態調節された結晶ウェファアは、本発明による場合と同じ条件に晒されたが、しかし、予め状態調節されていない同一のウェファア上に蓄積される表面電荷よりも少ない表面電荷を示す。更に、検出可能な表面電荷が観察される場合には、常用の静電界計量器を使用することにより検出可能なレベル未満で表面電荷が崩壊されることが必要とされる時間の長さは、予め状態調節されていない結晶ウェファアと比較して予め状態調節された結晶の場合には、短い。

【0018】上記のものおよび以下の実施例に記載されたもの以外に、結晶の望ましい性能特性に不利な影響を及ぼすことなしに表面電荷を減少させる結晶の能力を増大させるのに適した他のターゲット温度、加熱速度およ

び冷却速度、滞留時間および雰囲気も使用することができる。例えば、下記した水素と窒素とのガス混合物と共に、本発明によれば、他のガス、例えば水素だけ、窒素だけ、アルゴン、水、二酸化炭素、一酸化炭素、酸素およびこれらの組合せ物も使用されることができる。窒素ガス 85% と水素ガス 15% との組合せ物は、数多くの市販の源からの直接の有効性のために好ましい。異なるガス混合物は、達成される還元程度に応じて異なる結果を提供することが予想される。

10 【0019】結晶ウェファアが加熱される速度は、重要なことではないと考えられる。L N 結晶の有効な予め状態調節は、毎分約 6℃ ～ 約 7℃ の加熱速度で達成されることができる。同様に、冷却速度も重要なことではないと考えられ、L N 結晶の有効な予め状態調節は、毎分約 0.5℃ ～ 約 1℃ の範囲内の冷却速度で達成されることができる。また、前記のものを上廻るかまたは下廻る他の加熱速度および冷却速度も使用されることができる。

20 【0020】有効な予め状態調節は、500℃ を上回る炉温度で達成される。好ましくは、この炉温度は、約 500℃ ～ 約 1140℃ (ニオブ酸リチウムに対するキュリー温度)、最も好ましくは約 750℃ ～ 約 1140℃ の範囲内にある。よりいっそう高い温度は、好ましい。それというのも、この温度は、前記範囲の下限付近の温度と比較して表面電荷を減少させる結晶の能力の著しい増大を提供するからである。上記範囲の下限付近の温度に近い炉温度に関連して、表面電荷を減少させる結晶の能力の増大が観察されるが、しかし、この増大は、よりいっそう高い温度で観察される増大と比較して大きくはない。また、このような増大は、500℃ を上回る温度で観察されるものを下廻るけれども、表面電荷を減少させる結晶の能力の増大は、約 500℃ を下廻る温度で観察される。上記したように、結晶の他の性質に対する予め状態調節の効果に依存して、よりいっそう低い温度が適当であることができ、実際に好ましい。

30 【0021】結晶が本発明によりターゲット温度に晒される滞留時間は、変動することができる。所定のターゲット温度および雰囲気に対して滞留時間を増大させることにより、よりいっそう短い滞留時間でターゲット温度に晒される結晶と比較して蓄積された表面電荷を減少させる結晶の能力が増大される。よりいっそう短い滞留時間は、処理時間および処理に対するエネルギー要件を最小化する見地から好ましい。

40 【0022】比較例および引続く実施例に詳細に下記された記載と同様に、自然の焦電気応答を呼び出す条件に晒された本発明による予め状態調節された L N 結晶ウェファアは、予め状態調節されていないが、同じ条件に晒された常用の L N ウェファアに対して観察された表面電荷を下廻る表面電荷を示す。

50 【0023】

## 【実施例】

## 比較例

この比較例により、本発明による予めの状態調節を行なわなかった常用のLN結晶の自然の焦電気応答が詳説される。

【0024】表面法線に対してy方向に $64^\circ$ 回転して配向された直径76mmおよび厚さ0.5mmのLNウェファァーを、チョクラルスキー法および常用の二次加工法を使用することにより調製した。このウェファァーの片面を研磨し、このウェファァーは、無色で半透明であった。このウェファァーは、ホットプレート上で $125^\circ\text{C}$ で電氣的に中和された。電氣的中和に引き続いて、このウェファァーを45分間に亘って $80^\circ\text{C}$ に冷却し、同じホットプレートを用いて $80^\circ\text{C}$ で維持した。Monroe Electronics社からDigital Stat-Arc 2, Model No. 282-1の商標名で入手できる実験室用静電界計量器を使用することにより、ウェファァー表面は、ウェファァーの全表面積に対して少なくとも $5 \times 10^{-9}$  クーロンの電荷を有することが測定された。表面電荷を連続的に監視し、かつ5分間ごとに記録した。 $80^\circ\text{C}$ でほぼ1時間後、表面電荷を再び測定し、かつ元来の表面電荷のほぼ60%に徐々に崩壊されることを観察した。全表面電荷が $80^\circ\text{C}$ でウェファァーの全表面積に対して $5 \times 10^{-11}$  クーロンを下廻るレベルまで消滅されることが観察されたのは、 $80^\circ\text{C}$ で約15時間の延長時間後にすぎず、これは、静電界計量器の検出限界であった。

【0025】この比較例の場合には、表面電荷およびその崩壊は、 $80^\circ\text{C}$ で観察された。室温で検出限界を下廻って表面電荷を崩壊させるのに必要とされる時間の長さは、十分に長いであろう。

【0026】この比較例により、LNの自然の焦電気応答から生じるLNウェファァーの表面電荷および蓄積された電荷を自然に消滅させるのに必要とされる時間の長さが詳説される。

## 【0027】実施例

本実施例において、本発明により表面電荷を減少させるLNウェファァーの能力を増大させるために、LNウェファァーを予め状態調節する。

【0028】LNウェファァーを、比較例の場合のウェファァーの源として役立つ同じボウルから細断した。ウェファァーを研磨し、かつ比較例に記載されたウェファァーと同一の方法で重ねた。これらのウェファァーを、窒素ガス85%と水素ガス15%との混合物が毎分約1.5リットルの速度で流通する封止された炉中に置いた。この炉は、水平方向の直径約10cm(4インチ)のアルミナ

処理管を備えた3つの帯域を有する管状炉から成り立っていた。ウェファァーを前記処理管の中心に置かれたアルミナ担体によって支持した。アルミナ処理管は、炉から延在しており、したがってこのアルミナ処理管の端部は、晒されかつ冷却されたままである。アルミナ処理管のOリングシールは、封止された炉空隙を提供した。ウェファァーを処理管中に入れ、次にこの処理管を端部キャップで封止した。ガス流を流し始め、炉の加熱を開始した。炉の温度を室温から毎分約 $6.7^\circ\text{C}$ の速度でターゲット温度に増加させた。ターゲット温度に到達したら直ちに、この温度を予め定めた滞留時間の間、維持した。滞留時間後、炉を自然冷却させた。冷却後、ウェファァーを炉から取り出し、このウェファァーの目で見ての外観を品質について観察し、かつ記録した。X線回折分析により、物質の元来の結晶構造が確認された。予め状態調節されたウェファァーに、比較例の記載と同じホットプレート処理を行ない、温度変化に晒された後のウェファァーの表面電荷、および表面電荷が静電界計量器の検出限界よりも低い $5 \times 10^{-11}$  クーロンを下廻って減少することが必要とされる電荷崩壊時間を確認した。ターゲット温度が $500^\circ\text{C}$ またはそれ以上で設定されたウェファァーおよびターゲット温度が $400^\circ\text{C}$ でありかつ滞留時間が200分であるウェファァーについては、 $80^\circ\text{C}$ への冷却直前、冷却中および冷却の完結後に測定された表面電荷は、静電界計量器の検出限界を下廻っていた。この観察により、電荷は1秒未満で崩壊したものと推測された。ウェファァーの表面抵抗率を、Model 8008 抵抗率試験取付け具を備えたKeithley Instruments Model 487 ピコ電流計/電圧源を用いて測定した。表面抵抗率を、2つの電極の間の環状間隙を横切る200ボルトの電圧を印加することによって測定した。両電極は、環状であり(一方は、大きなドーナツ形状の電極であり、他方は、大きな電極内に位置した小さな環形状のものである)、かつ導電性ゴムを使用することにより、研磨されたウェファァー表面に接触されていた。環状電極の“有効な周長”は、16.97センチメートル(6.68インチ)であり、間隙幅は、0.32センチメートル(1インチの $1/8$ )であった。表面抵抗率 $\Sigma$ は、 $6.68/0.25 \times U/I = 53.4 \times U/I$ によって記載され、この場合Uは、印加された200ボルトであり、かつディスプレイが安定である場合には、Iは、電圧を印加してから約1分後に読み取られた間隙を横切る電流であった。結果は、第1表に纏められている。

## 【0029】

## 【表1】

第1表

| 炉の<br>ターゲット<br>温度<br><br>(°C) | 滞留時間<br><br>(分) | 色                             | 表面電荷<br><br>(クーロン) | 表面抵抗<br><br>(オーム) | 80℃での<br>電荷崩壊時<br>間<br><br>(時間) |
|-------------------------------|-----------------|-------------------------------|--------------------|-------------------|---------------------------------|
| 80℃<br><br>(比較例)              | -               | 無色/<br>半透明                    | $5.0E^{-9}$        | -                 | 16+                             |
| 400                           | 1               | 著しく明色<br>の灰色ない<br>し無色/半<br>透明 | $5.0E^{-9}$        | $9.1E+13$         | 16+                             |
| 400                           | 200             | 灰色/半透明                        | $<5.0E^{-11}$      | -                 | <1秒                             |
| 500                           | 1               | 灰色/半透明                        | $<5.0E^{-11}$      | $1.2E+14$         | <1秒                             |
| 550                           | 1               | 灰色/半透明                        | $<5.0E^{-11}$      | -                 | <1秒                             |
| 650                           | 1               | 暗色の灰色/<br>半透明                 | $<5.0E^{-11}$      | $1.8E+12$         | <1秒                             |
| 700                           | 1               | 黒色/不透明                        | $<5.0E^{-11}$      | -                 | <1秒                             |
| 750                           | 1               | 黒色/不透明                        | $<5.0E^{-11}$      | $2.1E+10$         | <1秒                             |
| 800                           | 1               | 黒色/不透明                        | $<5.0E^{-11}$      | $6.4E+10$         | <1秒                             |
| 1030                          | 1               | 黒色/不透明                        | $<5.0E^{-11}$      | $1.7E+8$          | <1秒                             |

【0030】この実施例は、本発明による予め状態調節されたLN結晶ウェファァーがLN結晶ウェファァーの表面電荷を如何にして減少させるのかを説明するものである。

【0031】本発明の概念は、多種多様の物理的特性を有する種々のLN結晶またはLT結晶、例えば直径、厚さおよび配向が変動するウェファァーに簡単に適用されることができるものと考えられる。このことは、適当な炉温度、滞留時間、化学的還元雰囲気および他のパラメーターを選択することによって達成されることができる。また、本発明の概念は、ウェファァーの研磨前または研磨後にウェファァーに適用することもできたし、結晶材料がスラブであっても適用することができた。その上、本発明による方法は、デバイスを製造する異なる段階で、例えばウェファァー上の清浄後またはウェファァー上での金属析出後に実施されることもできる。

【0032】本発明の予め状態調節された結晶によって提供される利点および結晶を予め状態調節する本発明に

よる方法は、望ましくない表面電荷の蓄積を生じる焦電気応答または圧電気応答を呼び出す製造条件に施こされるLN結晶およびLT結晶に適用することができる。表面電荷の蓄積を減少させるために本発明による予め状態調節された結晶の能力は、意図された方法を実施するために、結晶の能力に不利な影響を及ぼすとは考えられない。例えば、SAWを基礎とするデバイスについては、通常の操作で発生する機械的応力の周波数および生じる応答は、結晶を配合するデバイスの性能に影響を及ぼさない本発明による結晶を予め状態調節することから生じる表面電荷の消滅速度が幾らか増大するのに十分な高さである。他面、本発明による予め状態調節された結晶は、結晶が配合される場合のデバイスの製造方法に由来するかまたはデバイスの使用の間に起こる温度変化または機械的応力から生じる蓄積された望ましくない表面電荷を有効に減少させることができる。それというのも、機械的応力または温度変化の周波数は、通常の操作の場合に発生する周波数よりも著しく短いからである。

フロントページの続き

(72)発明者 リチャード グレゴリー ノーウッド  
アメリカ合衆国 カリフォルニア サン  
ノゼ パインウエル コート 5621

(72)発明者 ユージン マイケル スタンディファー  
アメリカ合衆国 カリフォルニア サニー  
ヴェイル エスカロン アヴェニュー  
1000 ナンバー3101